(11) N° de publication .

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

2 672 996

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(21) N° d'enregistrement national :

91 01729

(51) Int Cl⁵: G 01 N 21/72; G 01 J 3/443

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

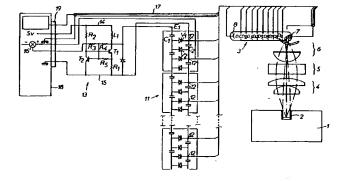
- 22) Date de dépôt : 14.02.91.
- (30) Priorité :

71) Demandeur(s): ETAT FRANCAIS - Représenté par le délégué général pour l'armement — FR et PROENGIN (S.A.) — FR.

(72) Inventeur(s) : Suzanne Pierre et Guene Gilles,

- Date de la mise à disposition du public de la demande : 21.08.92 Bulletin 92/34.
- Liste des documents cités dans le rapport de recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.
- Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- 73) Titulaire(s) :
- 74 Mandataire : Cabinet Moutard.
- Appareil portatif et autonome pour l'analyse in situ d'une composition gazeuse par spectrophotométrie de flamme.
- (57) L'appareil selon l'invention fait intervenir, en tant que cellule optoélectronique, un tube photomultiplicateur, un multiplexeur de tension (11) comprenant, en série, autant d'étages de multiplication qu'il y a de dynodes (D₁ à D₂) dans le photomultiplicateur, chaque étage comprenant au moins deux diodes (V₁, V₂) et deux condensateurs (C₁, C₂) agencés selon le montage bien connu de Schenkel, et étant connecté à une dynode (D₁ à D₂) correspondante, et un générateur d'impulsions (13) à relativement haute fréquence qui alimente le multiplicateur de tension (11).

L'invention permet d'accroître la sensibilité de l'appareil sans en augmenter l'encombrement et le poids.



R 2 672 996 - A1



5

10

- 1 -

APPAREIL PORTATIF ET AUTONOME POUR L'ANALYSE IN SITU D'UNE COMPOSITION GAZEUSE PAR SPECTROPHOTOMETRIE DE FLAMME.

15

20

25

La présente invention concerne un appareil portatif et autonome pour l'analyse fine d'une composition gazeuse par spectrophotométrie de flamme, par exemple du type de celui qui est décrit dans le brevet FR No 87 02762 du 2 mars 1987.

On sait que les appareils de ce genre font habituellement intervenir un brûleur dans lequel on provoque la combustion du flux gazeux à analyser dans un courant d'hydrogène.

La flamme engendrée par cette combustion est alors analysée par un montage spectrophotométrique qui isole les radiations caractéristiques des éléments recherchés et qui effectue la mesure, par voie photométrique de l'intensité de ces radiations.

Ce montage spectrophotométrique fait habituellement intervenir:

35

30

- une optique focalisatrice du rayonnement lumineux émis par la flamme qui se développe à l'intérieur du brûleur;

- un hacheur faisant intervenir une pluralité de filtres optiques, à raison de un au moins par raie spectrale caractéristique de l'élément recherché, ainsi que des moyens permettant de placer successivement lesdits filtres dans le faisceau lumineux précédemment focalisé;
- une cellule optoélectronique placée dans la zone de 10 focalisation de l'optique focalisatrice ;
- un ensemble de démodulation du signal électrique délivré par ladite cellule, cet ensemble comprenant pour chacune desdites raies et, en conséquence, pour chacun desdits filtres, un démodulateur-séparateur piloté en synchronisme avec le hacheur, de manière à n'être rendu actif que lorsque le faisceau lumineux issu de l'optique focalisatrice traverse un filtre correspondant; et

20

35

- des moyens d'amplification et d'affichage du signal électrique délivré par lesdits démodulateurs-séparateurs.
- Jusqu'ici, la cellule optoélectronique utilisée consistait en une photodiode qui, en raison de ses dimensions et de sa facilité d'intégration dans un circuit électronique miniaturisé, faible consommateur d'énergie, paraissait constituer la solution idéale dans un appareil portatif autonome.
 - Toutefois, il s'avère que cette solution présente des graves inconvénients principalement dû au niveau du signal détecté et au bruit relativement élevé qui entache ce signal, et qui affecte, en conséquence, la sensibilité de l'appareil.

Par ailleurs, la photodiode est sujette à des bruits, de sorte qu'il convient de la refroidir notamment au moyen d'un système d'asservissement utilisant des cellules à effet Peltier.

5

L'invention a plus particulièrement pour but de supprimer ces inconvénients de manière à augmenter la sensibilité de l'appareil sans en réduire l'encombrement, le poids ainsi que l'autonomie.

10

A cet effet, elle propose d'utiliser, au lieu de photodiodes, des tubes photomultiplicateurs, et ce, en dépit des préjugés qui, jusqu'ici, avaient fait rejeter cette solution.

15

20

En effet. jusqu'ici, les photomultiplicateurs étaient relativement volumineux et surtout exigeaient des circuits d'alimentation THT (très haute tension allant audelà de 1000 V) lourds et volumineux, et de consommation peu compatible avec le but recherché.

Pour parvenir à surmonter ces problèmes et donc ce préjugé, l'invention propose un appareil du type susdit, caractérisé en ce qu'il comprend, en tant que cellule 25 optoélectronique, un tube photomultiplicateur miniature du type comprenant une cathode, une anode et une multiplicité de dynodes destinées à être portées à un potentiel s'étageant entre celui de la cathode et celui de l'anode, un multiplieur de tension comprenant, en série, 30 autant d'étages de multiplication de tension qu'il y a de dynodes, chaque étage comprenant au moins deux diodes et deux condensateurs agencés selon le montage bien connu de Schenkel, et étant connecté à une dynode correspondante, et un générateur d'impulsions à relativement haute fréquence qui alimente le multiplicateur de tension.

Une telle solution permet d'aboutir au résultat recherché, et ce, contrairement aux préjugés, grâce au fait que :

- 5 il est désormais possible d'acquérir des photomultiplicateurs de dimensions très réduites, et que
- le générateur d'impulsions haute tension est réglé à une fréquence telle qu'il est possible de n'utiliser
 dans le multiplieur de tension des condensateurs de dimensions et de valeurs très réduites réalisés en technologie CMS.
- Avantageusement, la fréquence du générateur d'impulsions et/ou l'amplitude des impulsions délivrées par ce générateur d'impulsions pourront être réglées en fonction de l'écart entre la tension obtenue sur l'une des sorties du multiplieur de tension et une tension de consigne.
- 20 Un mode d'exécution de l'invention sera décrit ci-après, à titre d'exemple non limitatif, avec référence aux dessins annexés dans lesquels:
- La figure 1 est un schéma montrant la partie optoélectronique d'un appareil d'analyse par spectrophotométrie de flamme;
- La figure 2 est un diagramme montrant la tension et l'intensité au point P du circuit représenté sur la figure 1.

Dans l'exemple représenté sur la figure 1, le bloc 1 correspond à l'ensemble des dispositifs permettant de produire à l'intérieur d'un brûleur 2 une flamme résultant de la combustion du gaz à analyser dans un courant d'hydrogène à débit constant. Ces dispositifs qui ne constituent pas l'objet de l'invention, peuvent par

exemple consister en ceux qui se trouvent décrits dans le brevet FR No 87 02762 précité.

Le rayonnement lumineux produit par la flamme est détecté par un tube photomultiplicateur 3, par l'intermédiaire d'un système optique comprenant successivement :

- un objectif 4 qui projette à l'infini l'image de la flamme,

10

15

20

25

5

- un dispositif 5 de hachage et de filtrage sélectif du rayonnement issu de l'objectif 4 (ce dispositif peut comprendre une pluralité de filtres optiques, à raison d'au moins un par raie spectrale recherchée, qui sont successivement placés dans le faisceau lumineux produit par le dispositif optique de traitement),
- une optique focalisatrice 6 qui focalise le rayonnement issu du dispositif de hachage 5 sur l'anode 7 du photomultiplicateur 3.

Outre l'anode 7, le photomultiplicateur 3 comprend une cathode 8 ainsi qu'une multiplicité de dynodes D1 à D9 (ici au nombre de 9) destinées à être portées à un potentiel s'échelonnant depuis l'anode 7 jusqu'à la cathode 8 de 100 volts en 100 volts, le potentiel anode/cathode étant de 1000 volts.

L'alimentation du photomultiplicateur 3 est assurée au moyen d'un multiplieur de tension 11 utilisant dix étages dont chacun comprend deux diodes V1, V2 et deux condensateurs C1, C2 montés en doubleur de tension selon le montage bien connu de Schenkel. Chacun de ces étages est connecté par sa sortie 12 à une dynode D1...D9.

35

Sur l'entrée E₁ du multiplieur de tension 11 est appliquée une tension impulsionnaire engendrée par un générateur d'impulsions 13 comportant :

- un premier transistor T1 dont la jonction émetteur-collecteur est montée entre un conducteur d'alimentation en tension continue 14 (5 volts) et un conducteur de masse 15 par l'intermédiaire d'une inductance L1 (montée dans le circuit collecteur) et d'une résistance R1 (montée dans le circuit émetteur) l'émetteur de ce transistor T1 étant connecté à l'entrée E1 du multiplieur de tension 11;

10

15

20

5

- un deuxième transistor T2 dont la jonction émetteur/collecteur est montée entre les conducteurs 14 et 15 par l'intermédiaire d'une résistance et dont la base est connectée à l'émetteur du transistor par l'intermédiaire d'une résistance R5, le collecteur de ce transistor T2 étant directement relié à la base du transistor T1; et
- un circuit d'asservissement comprenant un pont diviseur de tension R3, R4 monté entre le collecteur du transistor T1 et la sortie d'un soustracteur 16 dont la première entrée est connectée à la sortie 12 du deuxième étage du multiplicateur de tension, et qui reçoit, sur sa deuxième entrée, une tension de consigne V.

- Le fonctionnement de ce générateur d'impulsions sera expliqué ci-après en référence avec les diagrammes de tension et d'intensité représentés sur la figure 2.
- Lorsque le transistor T₁ devient passant, l'intensité du courant circulant dans la branche L₁, T₁, R₁ croît linéairement (courbe C₁) jusqu'à ce que la tension aux bornes de la résistance R₁ atteigne une valeur de seuil déterminée I_s qui provoque la mise en conduction du transistor T₂, grâce à la liaison effectuée par la résistance R₅ entre la base du transistor T₂ et l'émetteur du transistor T₁.

L'entrée en conduction du transistor T_2 provoque la mise à la masse de la base du transistor T_1 et donc un blocage de ce dernier.

L'énergie accumulée par l'inductance L1 au cours de la phase de conduction du transistor T1 est alors restituée au multiplieur de tension 11, sous la forme d'une impulsion (courbe C2) dont l'amplitude atteint une centaine de volts.

10

15

Le seuil de tension (image du courant circulant dans R1) qui provoque la mise en conduction du transistor T2 est réglé en fonction de l'écart entre la tension prélevée à la sortie du deuxième étage du multiplieur de tension 11 et de la tension de consigne V de manière à obtenir des tensions de sortie du multiplicateur 11 exactement aux valeurs souhaitées.

Le circuit du générateur d'impulsions 13 est conçu de 20 manière à engendrer ces impulsions à une fréquence relativement élevée, de l'ordre de 10 à 50 KHz avec des harmoniques pouvant s'élever de 100 KHz à 1 MHz.

Comme précédemment mentionné, cette fréquence élevée per25 met l'utilisation, dans le multiplicateur de tension 11,
de condensateurs de très petites dimensions, réalisés
selon la technologie CMS. Grâce à cette disposition, il
devient possible de loger l'ensemble générateur
d'impulsion, multiplicateur de tension 11, dans un volume
30 parallélépipédique par exemple de 11 x 12 x 26 mm.

Il s'agit là d'un résultat surprenant si l'on s'en tient aux montages classiques qui, pour obtenir des tensions étagées allant jusqu'à 1000 volts, font nécessairement intervenir des composants encombrants et lourds tels que, par exemple, des transformateurs et des condensateurs haute tension.

Dans cet exemple, le signal émis en sortie du photomultiplicateur 3 est transmis par un câble coaxial 17 à une carte de traitement 18 pouvant comprendre, comme dans le dispositif décrit dans le brevet FR No 87 02762 précité:

5

- un ensemble de démodulations comprenant, pour chacune des raies spectrales recherchées, un démodulateur et un filtre approprié,
- 10 un dispositif de décodage permettant d'affecter à chaque couple démodulateur/filtre un signal correspondant délivré par le photomultiplicateur,
 - un dispositif d'affichage.

15

Ce circuit de traitement, qui ne constitue pas l'objet du brevet, n'a donc pas été décrit.

Dans cet exemple, les liaisons entre la carte de traite20 ment 18 et l'ensemble générateur d'impulsions 13, multiplicateur de tension 11, photomultiplicateur 3, sont
assurées par un connecteur 19 permettant d'effectuer les
connexions à la carte 18:

- 25 de la ligne d'alimentation 5 V continue, 10 mA typique,
 - de l'anode du photomultiplicateur,
 - de la masse,
 - de la liaison d'asservissement avec la sortie du deuxième étage du multiplieur de tension 11,
- 30 du conducteur assurant la transmission du signal d'erreur servant au réglage du seuil,
 - du conducteur de masse 15.

Outre les avantages précédemment mentionnés, l'invention 35 permet d'augmenter considérablement la sensibilité de l'appareil avec une consommation énergétique réduite.

Revendications

1. Appareil portatif et autonome pour l'analyse in situ d'une composition gazeuse, cet appareil compre-5 nant un brûleur dans lequel on provoque la combustion d'un flux gazeux à analyser dans un courant d'hydrogène dispositif spectrophotométrique permettant d'analyser le rayonnement lumineux de la flamme résultant de cette combustion, ce dispositif faisant intervenir une cellule optoélectronique raccordée à un circuit électro-10 nique de traitement, caractérisé en ce qu'il comprend, en tant que cellule optoélectronique, un tube photomultiplicateur miniature (3) du type comprenant une cathode (8), une anode (7) et une multiplicité de dynodes (D1 à D9) destinées à être 15 portées à un potentiel s'étageant entre celui de la cathode (8) et celui de l'anode (7), un multiplieur de tension (11) comprenant, en série, autant d'étages de multiplication de tension qu'il y a de dynodes (D1 à D9), chaque étage comprenant au moins deux diodes (V1, V2) et 20 deux condensateurs (C1, C2) agencés selon le montage bien connu de Schenkel, et étant connecté à une dynode (D1 à Dg) correspondante, et un générateur d'impulsions (13) à relativement haute fréquence qui alimente le multiplica-25 teur de tension (11).

2. Appareil selon la revendication 1, caractérisé en ce que la fréquence du générateur d'impulsions (13) et/ou l'amplitude des impulsions délivrées par ce générateur d'impulsions (13) sont réglées en fonction de l'écart entre la tension obtenue sur l'une des sorties du multiplieur de tension (11) et une tension de consigne.

3. Appareil selon l'une des revendications 1 et 2,

caractérisé en ce que la fréquence des impulsions émises par le générateur d'impulsions (13) est de l'ordre de 10 à 50 KHz avec des harmoniques allant de 100 KHz à 1 MHz.

4. Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les condensateurs (C1, C2) du multiplieur de tension sont réalisés selon la technologie

10

15

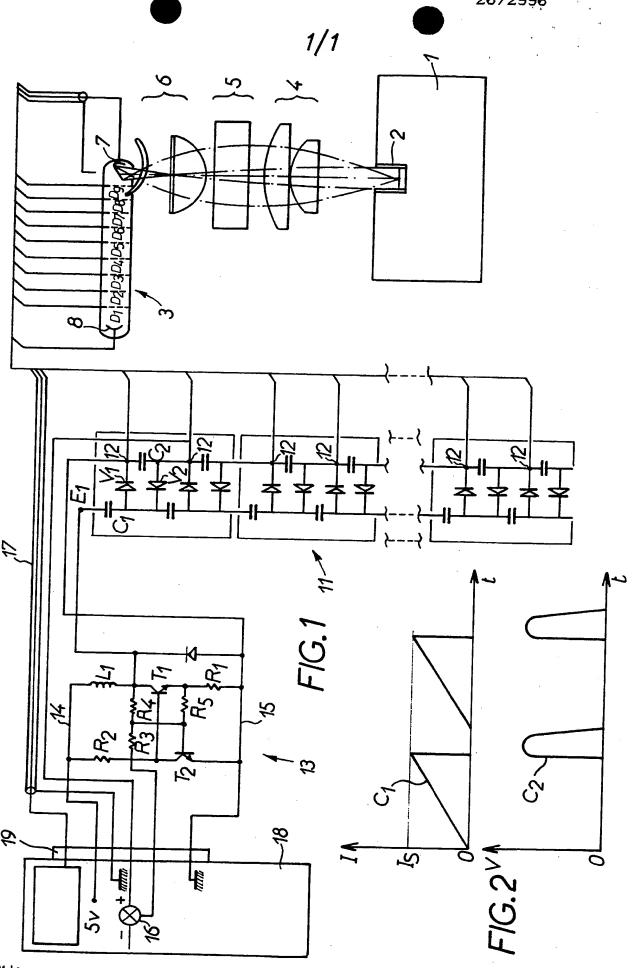
20

CMS.

5

5. Appareil selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le générateur d'impulsions (13) comprend un transistor (T1), une inductance (L1) et une résistance (R1) montés en série avec la jonction émetteur-collecteur du transistor (T1) entre une source de tension et la masse, un deuxième transistor (T2) dont la base est reliée à l'émetteur du transistor (T1) par l'intermédiaire d'une résistance (R2), tandis que le collecteur de ce transistor est relié à la base du transistor (T1), la jonction émetteur-collecteur de ce transistor étant elle-même montée entre ladite source de tension et la masse.

6. Appareil selon la revendication 4,
caractérisé en ce que le générateur d'impulsions (13)
comprend en outre un circuit d'asservissement comprenant
un pont diviseur de tension (R3, R4) monté entre le collecteur du transistor (T1) et la sortie d'un soustracteur
(16) dont la première entrée est connectée à la sortie
(12) d'un étage du multiplieur de tension (11) et qui
reçoit sur sa deuxième entrée une tension de consigne
(V).



FR

FΑ

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche Nº d'enregistrement national

9101729

456973

Revendications **DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS** concernées de la demande Citation du document avec indication, en cas de besoin, Catégorie examinée des parties pertinentes FR-A-2213585 (M.G. ROYET) 1-3, 5 Α * le document en entier * 6 D,Y FR-A-2611898 (PROENGIN) 1-3, 5 * revendication 1; figure 8 * FR-A-1561976 (LENINGRADSKY ORDENA LENINA Α 1, 2, 5, **ELEKTROTEKHNICHESKY INSTITUT)** * le document en entier * Α FR-A-2635914 (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE) 1, 3, 5 * page 5, ligne 1 - page 8, ligne 31 * * figures 4-6 * GB-A-2190785 (G.W. BALL) 1, 4 * page 1, ligne 61 - page 2, ligne 90 * * figure 3 * GB-A-2143321 (VARIAN ASSOCIATES) 1 * page 2, lignes 100 - 112; figure 2 * DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) Α FR-A-2343247 (ETAT FRANCAIS) 1 * page 5, ligne 33 - page 6, ligne 16 * * figures 2, 4 * H01J GO1T DE-A-1921506 (HARTMANN & BRAUN) Α 5 **G01N** * page 4, ligne 25 - page 5, ligne 17 * H03K * figure 1 * A DE-A-1437842 (R.W. REICH) 5 * pages 2 - 3; figure *

Date d'achèvement de la recherche Examinateur 24 OCTOBRE 1991 JOHNSON, K

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

- X: particulièrement pertinent à lui seul
- particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
- A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général
- O : divulgation non-écrite P : document intercalaire

- T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande
- L : cité pour d'autres raisons
- & : membre de la même famille, document correspondant

THIS PAGE BLANK (USPTO)